

ЭКСТРАКЦИОННО-СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕЛЕНА В ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВАХ С ПРИМЕНЕНИЕМ НОВОГО РЕАГЕНТА 3,4,5,6-ТЕТРАФТОР-1,2-ДИАМИНОБЕНЗОЛА

¹Фадеева В.П., ²Панин Д.О., ¹Никуличева О.Н., ¹Тихова В.Д.

¹Новосибирский институт органической химии им. Н.Н.Ворожцова СО РАН,
630090 Новосибирск, пр.акад. Лаврентьева, 9

²Новосибирский государственный университет, 630090 г.Новосибирск, ул.Пирогова, 2
e-mail: fadееva@nioch.nsc.ru

При определении селена в синтетических селенсодержащих органических соединениях, имеющих в своем составе различные гетероэлементы (Cl, Br, I, F, S, P) необходимо использование селективных методик. Известные (гравиметрические, титриметрические, кулонометрические и др.) методики определения селена в селенорганических веществах после разложения их в токе газообразного кислорода имеют свои преимущества и недостатки. В качестве преимущества можно отметить возможность одновременного с селеном определения углерода и водорода. Недостатком является то, что в результате пробоподготовки образуются несколько форм селена (Se(IV), Se(VI), SeO₂), что затрудняет его количественное определение. Кроме того, требуются дополнительные процедуры для устранения влияния посторонних элементов (Cl, Br, I, F, S, P), мешающих определению селена. Эти методики достаточно сложные и длительные по времени выполнения.

Перспективными методами для определения селена являются спектрофотометрические и спектрофлуориметрические методы. Среди реагентов, используемых в качестве высокочувствительных и избирательных для экстракционно-спектрофотометрического определения селена, наибольший интерес представляют ароматические орто-диамины. Анализ основан на образовании пиазоселенолов в результате взаимодействия Se(IV) и ароматических о-диаминов с последующей экстракцией образующегося продукта и измерением его оптической плотности.

В представленной работе был исследован новый, ранее не применявшийся реагент 1,2-диамино-3,4,5,6-тетрафторбензол (АФБ), для экстракционно-спектрофотометрического определения селена в разнообразных по элементному составу органических соединениях. Реагент АФБ был синтезирован в Новосибирском институте органической химии им. Н.Н.Ворожцова СО РАН.

В качестве пробоподготовки для получения селена в виде Se(IV) применено сжигание селенорганических веществ в колбе, наполненной кислородом. Поглощение продуктов сжигания раствором 0,01н HCl обеспечивает количественное образование Se(IV). Взаимодействие Se(IV) с 3,4,5,6-тетрафтор-1,2-диаминобензолом (АФБ) приводит к образованию гетероцикла – пиазоселенола. Выбраны оптимальные условия для определения селена с АФБ: длина волны 334 нм, экстрагент - толуол, кислотность среды - pH = 1, концентрация АФБ 0.04%, время образования пиазоселенола при нагревании до 50°C на водяной бане - 20 мин,. Показано, что линейная зависимость оптической плотности от концентрации селена соблюдается в интервале концентраций 0-10,6 мг/л. Определению селена не мешают N, Cl, Br, F, S, P. По разработанной методике проведено определение селена в ряде ароматических соединений состава C, H, N, O, Se, F, S с содержанием селена до 50%. Относительная погрешность определения селена составляет ±0,4. Примеры полученных результатов определения,

% Se: Декафтордифенилдиселенид	найдено: 32.4	рассчитано: 32.1
о-Нитроселеноцианатбензол	34.7	34.8
2,2'-Диаминоди-фенилдиселенид	46.4	46.2
Дифенилдиселенотиодиимид	42,7	42.4